

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-242342
(43)Date of publication of application : 29. 10. 1991

(51) Int. Cl. C03B 37/018
C03B 20/00
G02B 6/00

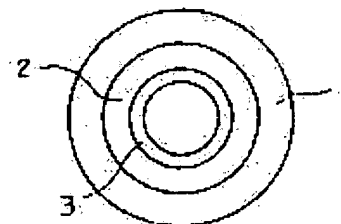
(21)Application number : 02-037689 (71)Applicant : FURUKAWA ELECTRIC CO LTD:THE
(22)Date of filing : 19.02.1990 (72)Inventor : KAMIYA TAMOTSU

(54) PRODUCTION OF PREFORM FOR OPTICAL FIBER

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the subject preform capable of production of an optical fiber excellent in transmission properties by forming a low refractive-index glass layer on the inner surface of a glass tube, subsequently depositing glass fine particles on the inside of this layer in a layer state, then carrying out dehydration and making the dehydrated glass transparent for formation of a high refractive-index glass layer.

CONSTITUTION: A relatively low refractive-index glass layer 2 for the clad is formed on the inner periphery surface of a glass tube 1 using the MCVD method and glass fine particles are then deposited on the inside of the above-mentioned glass layer 2 for the clad in a layer state. The deposited glass fine particle layer is subsequently dehydrated and made transparent to form a high refractive-index glass layer 3 for the core. The glass tube 1 is then heated for formation of a solid core, thus obtaining the objective preform for an optical fiber. By using the above-mentioned, the processes for dehydration of the glass fine particle layer and for making it transparent can be carried out in an oxygen-free atmosphere when forming the glass layer 3 for the core. Accordingly the objective sufficiently dehydrated preform for an optical fiber can be produced.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998, 2000 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-242342

⑪ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)10月29日

C 03 B 37/018
20/00
G 02 B 6/00B 8821-4G
6570-4G
3 5 6 A 7036-2H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

⑮ 特 願 平2-37689

⑯ 出 願 平2(1990)2月19日

⑰ 発 明 者 神 谷 保 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号 古河電気工業株式会社内

⑱ 出 願 人 古河電気工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

⑲ 代 理 人 弁理士 齋藤 義雄

明 細 書

1 発明の名称

光ファイバ母材の製造方法

2 特許請求の範囲

ガラス微粒子をガラス管の内周面に堆積させて透明ガラス化することにより、ガラス管の内部に相対的に低屈折率のガラス層、高屈折率のガラス層を順次形成する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス管の内部に上記高屈折率ガラス層を形成するとき、上記低屈折率ガラス層の内側にガラス微粒子を層状に堆積し、その後、該ガラス微粒子層を脱水ならびに透明ガラス化することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

3 発明の詳細な説明

『産業上の利用分野』

本発明はMCVD法による光ファイバ母材の製造方法に関する。

『従来の技術』

光ファイバ母材を製造する手段の一つに、MCVD法がある。

MCVD法を介して光ファイバ母材をつくるとき、石英系のガラス管内に気相のガラス原料を供給し、ガラス原料の熱酸化反応により生成したガラス微粒子をガラス管の内周面に堆積させ、これと同時に、ガラス微粒子を透明ガラス化する。

このようにしてガラス管内にクラッド用ガラス層、コア用ガラス層を順次形成した後は、これらのガラス層を有するガラス管をコラプスし、中実なガラス棒（光ファイバ母材）を得る。

MCVD法に用いられる気相のガラス原料は、主原料が SiCl_4 であり、これに屈折率、軟化温度を設定するためのドーブ原料が混合される。

ドーブ原料としては、ハロゲン化金属が多用されており、たとえば、コア用ガラスの場合は、主原料 SiCl_4 に、 GeCl_4 、 POCl_3 などのドーブ原料が混合される。

なお、これら主原料、ドーブ原料は、キャリアガス O_2 でバブリングすることにより気化される。

上記において、気相のガラス原料をガラス管内で熱酸化反応させたとき、副生物として塩素が発

生し、これがOH基と反応してHClに変化する、いわゆる、ガラスの脱水作用が起こるので、OH基含有量の少ない光ファイバ母材、ひいては、伝送特性の良好な光ファイバが得られる。

「発明が解決しようとする課題」

上述したMCVD法において、気相のガラス原料中に含まれる水素化合物とか、大気の混入によりOH基が不可避免的に生成された場合、光ファイバ段階での伝送特性がOH基の吸収ピークにより悪化する。

しかも、既述の脱水作用により生じたHClが、熱酸化反応に不可欠な酸素の存在下において再びH₂Oにもどり、これがガラス中にOH基として取りこまれるので、塩素による脱水効果が不十分なものになってしまう。

本発明はこのような技術的課題に鑑み、MCVD法を介して光ファイバ母材をつくるとき、ガラスの脱水が十分に行なえ、伝送特性のよい光ファイバが得られる光ファイバ母材の製造方法を提供しようとするものである。

に行なう。

こうしてコア用ガラス層を形成するとき、ガラス微粒子層の脱水、透明ガラス化工程を、酸素の存在しない脱水雰囲気、透明ガラス化雰囲気で行なうことができる。

したがって、脱水時に生じたHClがH₂Oにもどるとか、コア用ガラス層にOH基が取りこまれることがなく、十分に脱水された品質のよい光ファイバ母材が得られる。

「実施例」

本発明に係る光ファイバ母材の製造方法の実施例につき、図面を参照して説明する。

第1図において、11はガス供給系を示し、41はガラス合成装置を示す。

ガス供給系11において、主ガス管12の基端側には分岐ガス管13、14、15、16、17、18が設けられているとともに、主ガス管12の先端側には分岐ガス管19、20が設けられており、主ガス管12の基端側における一部の分岐ガス管13、14、15には、流量調整器（マスフローコントローラ）21が取りつ

「課題を解決するための手段」

本発明は所期の目的を達成するため、ガラス微粒子をガラス管の内周面に堆積させて透明ガラス化することにより、ガラス管の内部に相対的に低屈折率のガラス層、高屈折率のガラス層を順次形成する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス管の内部に上記高屈折率ガラス層を形成するとき、上記低屈折率ガラス層の内側にガラス微粒子を層状に堆積し、その後、該ガラス微粒子層を脱水ならびに透明ガラス化することを特徴とする。

「作用」

本発明方法の場合、MCVD法を介してガラス管の内部に低屈折率のガラス層（クラッド用）、高屈折率のガラス層（コア用）を順次形成する。

上記において、クラッド用ガラス層を形成するとき、通常的手段と同様、ガラス微粒子を堆積すると同時にこれを透明ガラス化してよいが、コア用ガラス層を形成するときは、酸素を不可欠とするガラス微粒子の堆積工程と、酸素を要しないガラス微粒子層の脱水、透明ガラス化工程とを別々

けられ、主ガス管12の先端側における一方の分岐ガス管20には、バイパス弁22が取り付けられている。

一方の各分岐ガス管13、14、15には、これらの端末にガスポンプ23、24、25がそれぞれ接続されており、他方の各分岐ガス管16、17、18には、これらの端末に恒温型のバブリング槽26、27、28がそれぞれ接続されている。

ガス供給系11において、ガス供給管29には、複数の分岐ガス管30、31、32が設けられて、これら分岐ガス管30、31、32に前記と同じ流量調整器21が取り付けられている。

ガス供給管29の各分岐ガス管30、31、32は、これらの先端側がバブリング槽26、27、28内にそれぞれ挿入されており、ガス供給管29の基端側にはガスポンプ33が接続されている。

ガラス合成装置41において、ガラス旋盤42は一方のチャック43、44を有し、一方のチャック43側には回転継手45が備えられ、他方のチャック44側にはダストボックス46が設けられている。

ガラス合成装置41において、加熱器47は酸水素炎バーナからなる。

この加熱器47は、周知のトラバーサ48を介してガラス旋盤42に組みつけられ、ガラス旋盤42の長さ方向に往復動自在となっている。

前述した主ガス管12における分岐ガス管19、20のうち、その一方の分岐ガス管19は、後述のごとく、ガラス旋盤42にセットされたガラス管の一端に回転継手45を介して接続される。

主ガス管12における他方の分岐ガス管20と、ガラス旋盤42のダストボックス48とは、図示しないガス洗浄機（スクラバ）に接続される。

第1図のガス供給系11とガラス合成装置41とを介して、光ファイバ母材をつくるとき、以下のようになる。

事前準備として、ガラス旋盤42のチャック43、44を介して石英系のガラス管1を両端保持し、ガラス管1の一端に回転継手45を介して分岐ガス管19を接続しておく。

ガス供給系11においては、ガスボンベ33からの

O_2 を流量調整器21により調整しつつガス供給管29の各分岐ガス管30、32からバブリング槽26、28内に吹きこみ、一方のバブリング槽28内で蒸発させた主原料 $SiCl_4$ 、他方のバブリング槽28内で蒸発させたドーブ原料 $POCl_3$ を各分岐ガス管18、18から主ガス管12、さらに、主ガス管12から分岐ガス管19、分岐ガス管19からガラス管1内へと順次給送する。

これと同時に、ガスボンベ23からの He 、ガスボンベ25からの SF_6 を流量調整器21により調整しつつ各分岐ガス管13、15から主ガス管12、分岐ガス管19を経由してガラス管1内へ給送する。

ガラス合成装置41においては、ガラス旋盤42を介してガラス管1を回転させ、着火状態にある加熱器47を、第1図の $P_1 \rightarrow P_2$ 方向、 $P_2 \rightarrow P_1$ 方向へと往復動させ、かつ、往動時（ $P_1 \rightarrow P_2$ ）には加熱器47の火力を強くし、復動時（ $P_2 \rightarrow P_1$ ）には加熱器47の火力を弱くする。

加熱器47が往動するときのガラス管1内では、加熱器47の直後付近で生じる主原料、ドーブ原料

定するのを待つ。

ガラス管1内における主原料 $SiCl_4$ 、ドーブ原料 $GeCl_4$ の濃度が安定した後、第1図の P_2 点で待機している加熱器47の火力を強めて、これを第1図の P_1 方向へ復動させると、主原料、ドーブ原料の熱酸化反応により生成されたガラス微粒子の層がガラス層2の内周面に堆積される。

このガラス微粒子層が形成されたとき、加熱器47を第1図の P_1 点で一時停止させてこの火力を弱め、前記 $SiCl_4$ 、 $GeCl_4$ の供給を止め、 He の供給量を調整し、かつ、ガスボンベ24からの Cl_2 を流量調整器21により調整しつつ、分岐ガス管14から主ガス管12、主ガス管12から分岐ガス管19、分岐ガス管19からガラス管1内へと順次給送する。

ガラス管1内への He 、 Cl_2 供給を開始した後、一定時間の経過を待って再び加熱器47の火力を強め、かつ、加熱器47を第1図の $P_1 \rightarrow P_2$ 方向へ往動させて、ガラス微粒子層を脱水ならびに透明ガラス化する。

かくて、ガラス層2の内周面には、第2図に示

の熱酸化反応によりガラス微粒子が生成され、これらガラス微粒子が管内気流で加熱器47の前側へ吹きとばされるが、これを追うように加熱器47が移動してくるので、これらガラス微粒子が透明ガラス化されてガラス管1の内周面に堆積される。

かくて、ガラス管1の内周面には、第2図に示すごとく、ガラス管1と同程度の屈折率を有するクラッド用の透明なガラス層2が形成される。

こうしてガラス管1にガラス層2を形成した後は、第1図の P_2 点で加熱器47を一時停止させてこの火力を弱め、各ガスについては、前記 $POCl_3$ 、 SF_6 の供給を止め、 He の供給を続け、かつ、ガラス管1内への前記 $SiCl_4$ の供給量を調整し、さらに、ガスボンベ33からの O_2 を、流量調整器21により調整しつつ、ガス供給管29の分岐ガス管31からバブリング槽27内に吹きこみ、当該バブリング槽27内で蒸発させたドーブ原料 $GeCl_4$ を、分岐ガス管17から主ガス管12、主ガス管12から分岐ガス管19、分岐ガス管19からガラス管1内へと順次給送し、ガラス管1内の $SiCl_4$ 濃度、 $GeCl_4$ 濃度が安

すごとく、ガラス管1、ガラス層2よりも高い屈折率を有するコア用の透明なガラス層3が形成される。

以下、第1図のP₂側において、ガラス管1を加熱器47により強加熱してその一端を封じ、つぎのコラプス処理では、バイパス弁22を開放した状態でガラス管1内を正圧に保持しながら、ガラス管1とガラス層2、3とを加熱器47で溶融し、このコラプス時の表面張力によりガラス管1を中実にしてガラス棒（光ファイバ母材）を得る。

なお、第3図に示すように、クラッド用ガラス層2と、コア用ガラス層3との間には、ガラス層3を形成する手段に準じてクラッド用のガラス層4を形成したり、または、ガラス層3、4を同時形成することもある。

第3図に示す光ファイバ母材の屈折率は、一例として、第4図のようになる。

この場合、 n_1 がコア用ガラス層3の屈折率、 n_2 がクラッド用ガラス層4の屈折率、 n_3 がクラッド用ガラス層2の屈折率、 n_4 がガラス管1の屈折率

層3を形成するとき、ガラス管1の回転数、各ガスの供給量、加熱器47の条件を以下のように設定してガラス微粒子を堆積させた。

ガラス管：回転数50rpm。

SiCl₄：300cc/minのO₂でバブリング供給。

GeCl₄：100cc/minのO₂でバブリング供給。

He：2000cc/min。

待機時間：30秒（ガス濃度安定）。

加熱器：復動130mm/min、ガラス管を1900℃に加熱。

ガラス微粒子を脱水、透明ガラス化するとき、ガラス管1の回転数、各ガスの供給量、加熱器47の条件を以下のように設定した。

ガラス管：回転数50rpm。

He：1000cc/min。

Cl₂：200cc/min。

加熱器：往動80mm/min、ガラス管を2000℃に加熱。

以下は、既述の手段でガラス管端を封じ、ガラス管をコラプスして、光ファイバ母材を得た。

を示す。

つぎに、本発明方法の具体例とその比較例について説明する。

具体例1

これは、第2図に示す光ファイバ母材を第1図の手段で作製する例である。

ガラス管1としては、内径19mmφ、外径25mmφの石英管を用い、ガラス管1の内周面にクラッド用ガラス層2を形成するとき、ガラス管1の回転数、各ガスの供給量、加熱器47の条件を以下のように設定した。

ガラス管：回転数50rpm。

SiCl₄：1500cc/minのO₂でバブリング供給。

POCl₃：150cc/minのO₂でバブリング供給。

He：2000cc/min。

SF₆：1cc/min。

加熱器：往動130mm/min、復動2500mm/min、ガラス管を1900℃に加熱。

ガラス層：堆積数15回。

クラッド用ガラス層2の内周面にコア用ガラス

具体例2

これは第3図に示す光ファイバ母材を第1図の手段で作製する例である。

ガラス管1としては具体例1と同じものを使用し、ガラス管1の内周面にクラッド用ガラス層2を形成するとき、堆積数14回目までは、具体例1と同様に行ない、堆積数15回目のときに、加熱器47を130mm/minで復動させてクラッド用のガラス微粒子を堆積させ、その後、ガラス管1内をHe：1000cc/min、Cl₂：200cc/minの雰囲気保持し、80mm/minで移動する加熱器47によりガラス管1を2000℃に加熱して、ガラス微粒子を脱水、透明ガラス化した。以下は具体例1と同じである。

具体例3

これは第3図に示す光ファイバ母材を第1図の手段で作製する例である。

ガラス管1としては具体例1、2と同じものを用い、ガラス管1の内周面にクラッド用ガラス層2を形成するとき、堆積数14回目までは、具体例1、2と同様に行ない、堆積数15回目のとき

に、具体例 2 と同様にクラッド用のガラス微粒子を堆積させ、これに引き続き、具体例 1 と同様の手段でコア用のガラス微粒子を堆積させた後、これらガラス微粒子層を具体例 1 と同様に、ただし加熱器 47 の往動速度は 50 mm/min として、脱水、透明ガラス化した。以下は具体例 1、2 と同じである。

比較例

各具体例と同じガラス管を用い、具体例 1 と同様にクラッド用ガラス層を形成した後、ガラス微粒子層の段階を経ず、脱水処理することなしに具体例 1 と同様のコア用ガラス層を形成し、以下は各具体例と同様にした。

上述した具体例 1～3、比較例で得た光ファイバ母材は、いずれも、コア部の外径が 1.3 mm φ、合成クラッド部の外径が 8 mm φ、母材外径が 18 mm φであり、比屈折率差が 0.3% である。

これらの光ファイバ母材を外径 125 μm φ の光ファイバに線引きし、その伝送特性を評価した。

各例の光ファイバとも、OH 基の吸収ピークが波

長 1.39 μm 付近に認められた。

損失の増加について、比較例が 0.5～5 dB/km とバラツキを生じたのに対し、具体例 1～3 の場合は 0.2～1 dB/km とかなり改善された。

これは、比較例（従来例）において不可避免的に混入した水分、含水素不純物の除去が困難であること、および、各具体例（本発明）において、酸素の存在しない塩素雰囲気下でのガラス脱水（特にコア部分）が良好に行なわれたことをそれぞれ示している。

なお、各具体例相互においては、具体例 3、具体例 2、具体例 1 の順に効果が優れる。

「発明の効果」

以上説明した通り、本発明に係る光ファイバ母材の製造方法は、ガラス管の内部に相対的に低屈折率のガラス層、高屈折率のガラス層を順次形成する MCVD 法において、高屈折率のガラス層を形成するときに、低屈折率ガラス層の内側にガラス微粒子を層状に堆積し、その後、該ガラス微粒子層を脱水ならびに透明ガラス化するから、コア

部分のガラス脱水が十分に行なえ、伝送特性のよい光ファイバの母材が得られる。

4 図面の簡単な説明

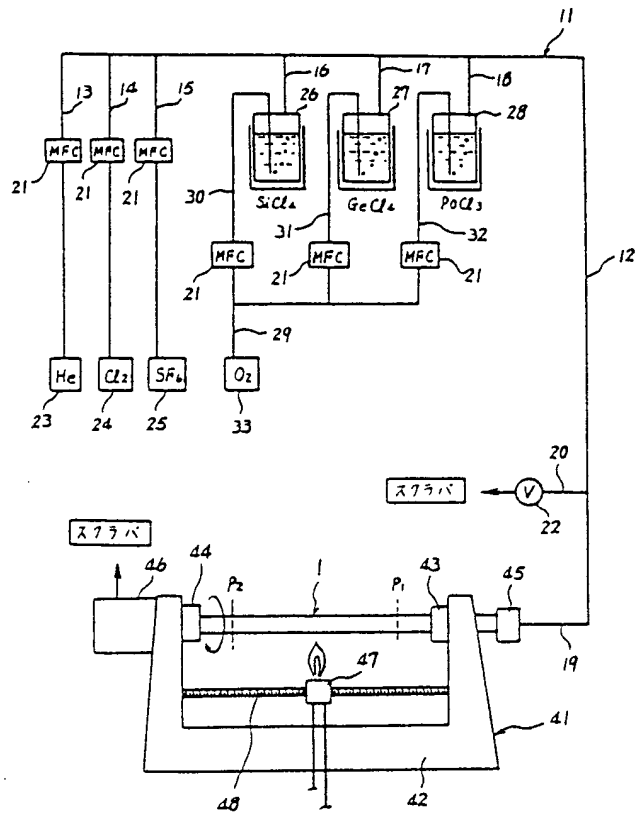
第 1 図は本発明方法の一実施例をこれに用いる装置とともに略示した説明図、第 2 図、第 3 図は本発明方法による光ファイバ母材の各例を示した断面図、第 4 図は本発明方法による光ファイバ母材の屈折率分布を示した説明図である。

- 1.....ガラス管
- 2.....クラッド用ガラス層
- 3.....コア用ガラス層
- 4.....クラッド用ガラス層
- 11.....ガス供給系
- 12.....主ガス管
- 13～20.....分岐ガス管
- 21.....流量調整器
- 22.....バイパス弁
- 23～25.....ガスポンプ
- 26～28.....バブリング槽
- 29.....ガス供給管

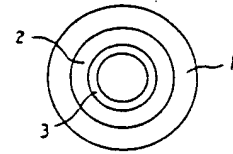
- 30～32.....分岐ガス管
- 33.....ガスポンプ
- 41.....ガラス合成装置
- 42.....ガラス旋盤
- 43、44.....チャック
- 45.....回転磁手
- 46.....ダストボックス
- 47.....加熱器
- 48.....トラバース

代理人 弁理士 斎藤義雄

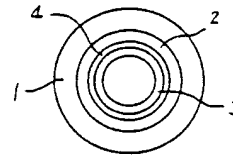
第 1 図



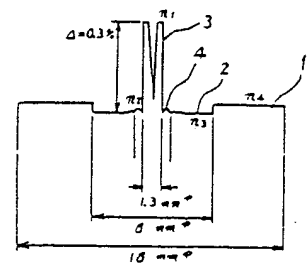
第 2 図



第 3 図



第 4 図



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-315530
(43)Date of publication of application : 23.12.1988

(51) Int. Cl. C03B 37/014
C03B 37/018
G02B 6/00

(21)Application number : 62-148429 (71)Applicant : FUJIKURA LTD
(22)Date of filing : 15.06.1987 (72)Inventor : KAWAKAMI NOBORU
KIKUCHI YOSHIO
HIMENO KUNIHARU
FUKUDA TAKERU

(54) PRODUCTION OF OPTICAL FIBER PREFORM

(57)Abstract:

PURPOSE: To enable reduction in absorption loss of OH groups in of an optical fiber, by passing a dehydrating agent though a quartz tube in a dehydrating and transparent vitrifying step and following collapsing step of a porous SiO₂ deposit layer deposited in the quartz tube in producing an optical fiber preform by a modified chemical vapor deposition method (MCVD).

CONSTITUTION: An optical fiber preform is produced by the following steps (a)W(d). That is the steps of (a) depositing metallic oxide fine particles containing SiO₂ on the inner wall of a quartz tube to form a porous deposit layer, (b) passing a dehydrating agent (e.g. SOCl₂) through the quartz tube having the porous deposit layer to dehydrate the above-mentioned porous deposit layer, (c) transparently vitrifying the afore-mentioned porous deposit layer while passing the dehydrating agent through the quartz tube and (d) collapsing the quartz tube in a state filled with the dehydrating agent therein.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) ; 1998, 2000 Japan Patent Office